

L1 ANSWER 1 OF 3 HCAPLUS COPYRIGHT 2010 ACS on STN
 AN 1975:606102 HCAPLUS Full-text
 DN 83:206102
 OREF 83:32435a,32438a
 TI Coumarin derivatives
 IN Umezawa, Hamao; Kataoka, Mutsuo; Hosoi, Kazuo; Kawabe, Norio; Ohno, Masaji; Takeuchi, Tomio
 PA Toray Industries, Inc., Japan
 SO Jpn. Kokai Tokkyo Koho, 7 pp.
 CODEN: JKXXAF
 DT Patent
 LA Japanese
 FAN. CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PI	JP 50046666	A	19750425	JP 1973-92456	19730820 <—
PRAI	JP 1973-92456	A	19730820		
IPC1	C07D0311-56: C07D0311-00 [C*]; A61K0031-37 [ICA]; A61K0031-366 [ICA, C*]				
IPCR	C07D0311-00 [I, C*]; C07D0311-56 [I, A]; A61K0031-366 [N, C*]; A61K0031-37 [N, A]				
CC	27-14 (Heterocyclic Compounds (One Hetero Atom))				
TI	Coumarin derivatives				
ST	antibacterial cinnamoylcoumarin; hypotensive cinnamoylcoumarin; antiinflammatory cinnamoylcoumarin; coumarin cinnamoyl				
IT	Antihypertensives Bactericides, Disinfectants and Antiseptics Inflammation inhibitors (cinnamoylcoumarins)				
IT	57339-78-3P	57339-79-4P	57339-80-7P	57339-81-8P	57339-82-9P
	57339-83-0P	57339-84-1P	57339-85-2P	57339-86-3P	57339-87-4P
RL:	SPN (Synthetic preparation); PREP (Preparation) (preparation and bactericidal, hypotensive, and antiinflammatory activities of)				
IT	57339-61-4P	57339-62-5P	57339-63-6P	57339-64-7P	57339-65-8P
	57339-66-9P	57339-67-0P	57339-68-1P	57339-69-2P	57339-70-5P
	57339-71-6P	57339-72-7P	57339-73-8P	57339-74-9P	57339-75-0P
	57339-76-1P	57339-77-2P	57339-78-3P	57339-79-4P	57339-80-5P
	57339-81-0P	57339-82-1P	57339-83-2P	57339-84-3P	57339-85-4P
	57339-86-5P	57339-87-6P	57339-88-7P	57339-89-8P	57339-90-9P
	57340-01-9P	57340-02-0P	57340-03-1P	57340-04-2P	57340-05-3P
	57340-06-4P	57340-07-5P	57340-08-6P	57340-09-7P	
RL:	SPN (Synthetic preparation); PREP (Preparation) (preparation and bactericidal, hypotensive, and antiinflammatory activities of)				
IT	57339-60-3P				
RL:	RCT (Reactant); SPN (Synthetic preparation); PREP (Preparation); RACT (Reactant or reagent) (preparation and hydrogenation of)				
IT	2555-37-5				
RL:	RCT (Reactant); RACT (Reactant or reagent) (reaction of, with benzaldehyde)				
IT	100-52-7, reactions				
RL:	RCT (Reactant); RACT (Reactant or reagent) (with acetylhydroxycoumarin)				
Gf	For diagram(s), see printed CA Issue.				

AB Coumarins I (R = aromatic groups; n = 1-2) were prepared by condensation reaction of 3-acetyl-4-hydroxycoumarin (II) with aromatic aldehydes $R(CH:CH)n-1CHO$ in the presence of organic amines. I were optionally converted into III by hydrogenation. I and III had antibacterial, hypotensive, and antiinflammatory activities (no data). Thus, reflux of a mixture of II 6.50, BzH 3.36, and piperidine 1.05 g in $CHCl_3$ 4 hr gave 56% 3-cinnamoyl-4-hydroxycoumarin (IV). Hydrogenation of 3.23 g IV in THF on 5% Pd-C 1.5 hr gave 82% 3-hydrocinnamoyl-4-hydroxycoumarin. Among 50 addnl. I and III prepared were 3-(m-hydroxycinnamoyl)-4-hydroxycoumarin, 3-[3-(m-hydroxyphenyl)propionyl]-4-hydroxycoumarin, and 3-(p-hydroxycinnamoyl)-4-hydroxycoumarin.

OSC. G 5 THERE ARE 5 CAPLUS RECORDS THAT CITE THIS RECORD (5 CITINGS)



特

許

願

(特許法第38条ただし書)
昭 和 48.8.20 日

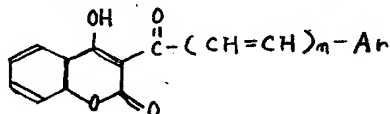
特許庁長官殿

1. 発明の名称 **生理活性物質の製造法**
2. 特許請求の範囲に記載された発明の数 **2**
3. 発明者 **梅沢 英夫** (外 5 名)
住所 **東京都練馬区豊玉北 4丁目 23番地**
氏名 **梅沢 英夫**
4. 特許出願人
郵便番号 **103-□□**
住所 **東京都中央区日本橋室町 2丁目 2番地**
名称 **(315) 東レ株式会社**
代表取締役 **藤吉 次英**
5. 代理人
郵便番号 **103-□□**
住所 **東京都中央区日本橋室町 2丁目 2番地**
名称 **東レ株式会社内**
氏名 **(6503) 篠田 巖**
(TEL (270) 0111)
6. 添付書類の目録
- | | |
|-----------|-----|
| (1) 明 細 書 | 1 通 |
| (2) 願 書 | 1 通 |
| (3) 委 任 状 | 1 通 |
- 同時出願の特許願(3)に添付した委任状を提出する

明 細 書

1. 発明の名称 **生理活性物質の製造法**
2. 特許請求の範囲
- (1) **3-アセチル-4-オキシクマリンと式、**

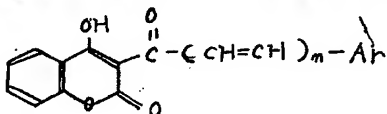
$$\text{Ar}-(\text{CH}=\text{CH})_{n-1}-\text{CHO} \quad (\text{但し、Ar は芳香族基を示し、n は 1 または 2 を示す})$$
 による芳香族アルデヒドとを有機アミンの存在下に縮合反応させることを特徴とする式



(但し Ar、n は前記に同じ) による芳香族アルデヒドとを縮合反応させて式

- (2) **3-アセチル-4-オキシクマリンと式、**

$$\text{Ar}-(\text{CH}=\text{CH})_{n-1}-\text{CHO} \quad (\text{但し Ar は芳香族基を示し、n は 1 または 2 を示す})$$
 による芳香族アルデヒドとを縮合反応させて式



① 日本国特許庁

公開特許公報

① 特開昭 50-46666

④ 公開日 昭 50.(1975) 4.25

② 特願昭 48-92456

② 出願日 昭 48.(1973) 8.20

審査請求 未請求 (全 7 頁)

庁内整理番号 7043 44

6910 44

7043 44

⑤ 日本分類

16 E41

30 B1

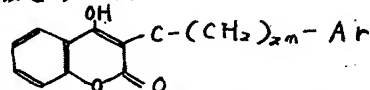
30 B4

⑤ Int.Cl²

C07D311/56

A61K 31/37

(但し Ar、n は前記に同じ) による示される化合物を製造し次いでこれを接触還元すること
を特徴とする式

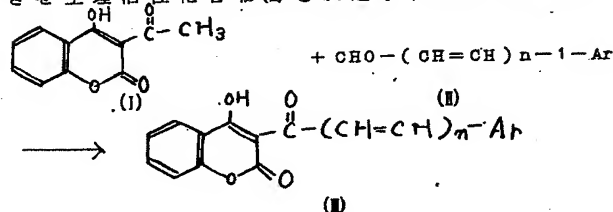


(但し Ar、n は前記に同じ) による示される生理活性物質の製造法

発明の詳細な説明

本発明は血圧降下剤、抗炎症剤、抗菌剤等として有用な生理活性物質の製造法に関するものである。

本発明方法の第一は 3-アセチル-4-オキシクマリン(I)と芳香族アルデヒド(II)とを有機アミン存在下に所謂クライゼン-シュミット縮合させ生理活性化合物(III)を製造するものである。



(但し式中 Ar は芳香族を示し n は 1 または 2 を示す)。

芳香族アルデヒド(II)は前記一般式で示される化合物であればいづれでもよいが、特に Ar がフェニル基もしくはナフチル基または、それらの 1、2 もしくは多核置換体またはフリル基、チエニル基、ピロリル基が好ましい。フェニル基もしくはナフチル基に核置換される基としてはヒドロキシ基、フルオロ基、クロル基、ブロム基、ヨード基、低級アルキルオキシ基(低級アルキルは炭素数 1~5 の飽和炭化水素を表わす。以下の低級アルキル基も同様)、カルボキシ基、低級アルコキシカルボニル基、シアノ基、低級アルキル基、アミノ基、モノ又はジ低級アルキルアミノ基、低級アシロキシ基、トリフルオロメチル基、カルバモイル基、ニトロ基、m、p-アルキレンジオキシ、等が好ましい。

反応の実施に際し、芳香族アルデヒド(II)は通常 3-アセチル-4-オキシクマリン(I)に対し

反応温度は室温~100℃付近が用いられる。通常の溶媒ではその溶媒の沸点付近が好ましい。

本発明の特記すべき点は反応系中に種々の乾燥剤を共存させ、反応で生成する水を除くことにより生成物の収率を上げ得ることにある。

用いる乾燥剤としては、無水硫酸ナトリウム、無水硫酸マグネシウム、モレキュラーシーブ等がある。乾燥剤は直接反応混合物中に共存させるか、あるいは、反応容器と、冷却器との間に乾燥剤をつめたソックスレー抽出器をつけ、遠流する溶媒より水分を除く等の方法で使用され得る。用いる乾燥剤の量は反応で生成する水分を吸収し得る量以上であればよいが、通常は 2 倍以上が好ましい。

かくして反応中あるいは反応後に生成物の結晶が析出する時はこれをろ取する。反応後結晶が析出しない時は、溶媒を留去後、再結晶する。その他通常用いられる精製法により一般に高収率で化合物(III)が得られる。

本発明方法のオニはかくして得られた化合物

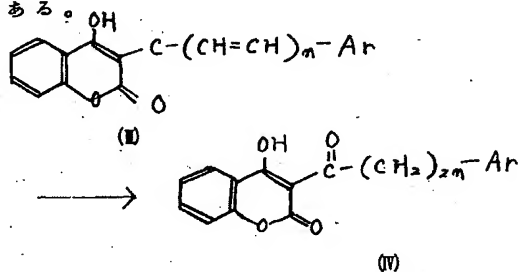
特開 昭50-466662

0.5~1.0 倍当量、好ましくは 1~2 倍当量が用いられる。

反応には通常有機溶媒が用いられるが、溶媒としては試薬に不活性なものであればいかなるものでも良い。かかる溶媒としてはメタノール、エタノール、n-プロペノール、180-プロパノール等のアルコール類、ベンゼン、トルエン等の芳香族炭化水素、ジクロロメタン、クロロホルム、四塩化炭素、ジクロロエタン、トリクレン等の塩素化炭化水素、テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル類、ジメチルスルホキサイド、ジメチルホルムアミド等である。

反応系に共存させる有機アミンは所謂クライゼン-シュミット縮合を生起するものであればいづれでもよく、モルホリン、ピペリジン、ピロリジン、シクロヘキシルアミン又はこれらと酢酸との塩等が用いられる。これら有機アミンは 3-アセチル-4-オキシクマリン(I)に対し 0.01~5 倍当量好ましくは 0.1~1.0 倍当量が用いられる。

(II)を接触還元し生理活性物質(III)を製造するものである。



この反応には白金、パラジウム、ロジウム、あるいはこれらを活性炭等の担体上に保持させた触媒あるいはラネーニッケル等の自体周知の接触還元触媒を用いる。

これら触媒存在下に水素ガスを反応させるに際しては通常溶媒が用いられるが、かかる溶媒としてはメタノール、エタノール、n-プロパノール、180-プロパノール等のアルコール類、テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル類、酢酸、プロピオン酸等のカルボン酸、酢酸エチル等のエステル類、あるいは、カセイアルカリの水溶液またはアルコール溶液等がある。

水添反応は常温常圧で十分進行する。かくして、反応後、触媒を濾過して除き、溶媒を留去することにより化合物(IV)が定量的に得られる。この後、再結晶、シリカゲルクロマト等により容易に精製することができ、化合物(IV)が高収率で得られる。

かくして得られる化合物(III)、(IV)は抗菌剤としても有効であるが、さらに本発明者等は、血圧降下剤、抗炎症剤、等としても有用であることを見い出した。

すなわち化合物(III)、(IV)はチロシンヒドロキシラーゼ、ドーパミンβヒドロキシラーゼに対し強力な阻害作用を持ちノルアドレナリンの合成を阻害することが見い出された。

また、ラットに対するカラグニン浮腫に対して強い抑制作用を有している。

次に本発明の実施例について説明する。

実施例 1

3-シンナモイル-4-オキシクマリン

3-アセチル-4-オキシクマリン 450

圧にて水添する。1.5時間で理論量の水素を吸収する。触媒を濾取して除き、溶媒を減圧留去する。得られる無色結晶をエタノールより再結晶する。2.85g(82%)の目的物が得られる。mp 124-125℃分析値を示す。

	C(%)	H(%)
実測値	73.18	5.00
計算値 $C_{18}H_{14}O_4$	73.46	4.80

実施例 3

3-(m-オキシシンナモイル)-4-オキシクマリン

3-アセチル-4-オキシクマリン 596g
m-オキシベンズアルデヒド 356g、ピペリジン 0.82g をクロロホルム 50ml に溶かし、2時間加熱還流する。この間、ソックスレー抽出器に無水硫酸ナトリウムをつめたものを用い反応で生成する水を除く。反応後、反応混合物を氷冷し、結晶を濾取する。ジメチルホルムアミド-エタノールより再結晶。5.44g(60%)の目的物を得る。mp 265-268℃

g、ベンズアルデヒド 356g、ピペリジン 105

g をクロロホルム 60ml に溶かし4時間、加熱還流する。この間ソックスレー抽出器に無水硫酸ナトリウムをつめたものを用い、反応で生成する水を除く、反応混合物にエタノール 20ml を加えると結晶が析出する。冷却後結晶を濾取し、エタノールで洗浄する。得られる結晶をジメチルホルムアミド-エタノールより再結晶する。5.14g(56%)の結晶が得られる。

mp (217-219℃) 分析値を示す

	C(%)	H(%)
実測値	73.82	4.32
計算値 $C_{18}H_{14}O_4$	73.96	4.14

実施例 2

3-ヒドロキシナモイル-4-オキシクマリン

3-シンナモイル-4-オキシクマリン
3.23g をテトラヒドロフラン 150ml に溶かし、5%パラジウム-炭素 300mg を加え、常温常

分析値を示す。

	C(%)	H(%)
実測値	69.92	4.21
計算値 $C_{18}H_{14}O_4$	70.13	3.92

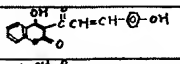
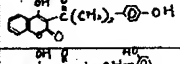
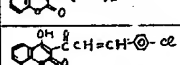
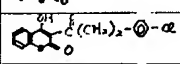
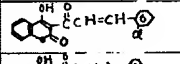
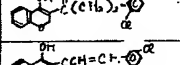
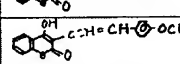
実施例 4

3-(m-オキシヒドロキシナモイル)-4-オキシクマリン

3-(m-オキシシンナモイル)-4-オキシクマリン 3.87g をテトラヒドロフラン 150ml にけんたくさせ、5%パラジウム-炭素 300mg を加え、常温常圧にて水添する。2時間で理論量の水素を吸収する。触媒を濾過して除き、溶媒を減圧留去する。得られる結晶をエタノールより再結晶する。3.16g(82%)の目的物が得られる。mp 162-163℃分析値を示す。

	C(%)	H(%)
実測値	69.47	4.61
計算値 $C_{18}H_{14}O_5$	69.67	4.55

以下実施例を表にて示す。

	構 造 式	反 応 溶 媒	触 媒	再結晶溶媒収率	m p °C	分析値、上が実測値、下が計算値 C(%) H(%) O(%)
5		クロロホルム	ビベリジン	DMF-ETOH 4.9%	294-296°C dec	C ₁₂ H ₁₂ O ₂ 70.00 4.22 70.13 3.92
6		T H F	5% pd-c	ジオキサン-ETOH 7.4%	198-199°C	C ₁₂ H ₁₂ O ₂ 69.58 4.71 69.67 4.55
7		クロロホルム	ビベリジン	DMF-ETOH 3.0%	212-214°C	C ₁₂ H ₁₂ O ₂ 69.90 4.13 70.13 3.92
8		T H F	5% pd-c	ETOH 7.3%	174-176°C	C ₁₂ H ₁₄ O ₂ 69.42 4.52 69.67 4.55
9		トリクレン	ビベリジン	DMF-ETOH 5.6%	204-207°C	C ₁₂ H ₁₂ O ₄ 65.91 3.57 10.86 66.17 3.39 10.85
10		T H F	5% pd-c	ジオキサン-ETOH 7.2%	148-151°C	C ₁₂ H ₁₂ O ₄ 65.80 4.09 10.52 65.76 3.99 10.79
11		トリクレン	ビベリジン	DMF-ETOH 5.5%	176-179°C	C ₁₂ H ₁₂ O ₄ 66.38 3.57 10.88 66.17 3.39 10.85
12		T H F	5% pd-c	THF-ETOH 8.0%	125-127°C	C ₁₂ H ₁₂ O ₄ 65.89 4.02 10.62 65.76 3.99 10.79
13		トリクレン	ビベリジン	DMF-ETOH 6.2%	177-179°C	C ₁₂ H ₁₂ O ₄ 66.34 3.50 10.69 66.17 3.39 10.85
14		T H F	5% pd-c	THF-ETOH 8.1%	124-126°C	C ₁₂ H ₁₂ O ₄ 65.59 4.06 10.91 65.76 3.99 10.79
15		トリクレン	ビベリジン	DMF-ETOH 5.2%	193-196°C	C ₁₂ H ₁₄ O ₂ 70.76 4.41 70.80 4.38
16		T H F	5% pd-c	THF-ETOH 8.3%	153-154°C	C ₁₂ H ₁₂ O ₂ 70.51 5.06 70.36 4.98

ETOH: エタノール

THF: テトラヒドロフラン

DMF: ジメチルホルムアミド

特許出願人 東レ株式会社

代理人 篠田 巖

6. 前記以外の発明者

カマクラシ ツニシ
鎌倉市津西1丁目31番地22号
カタ オカ ムツ オ
片 岡 陸 雄

カマクラシ テピロ
鎌倉市手伝660-1 東レ鎌倉山寮
ホソ イ カズ オ
細 井 和 男

カマクラシ ツニシ
鎌倉市津西2丁目1番地17号
カワ ベ ノリ オ
川 辺 紀 雄

カマクラシ ツニシ
鎌倉市津西2丁目3番21号
オオ ノ マサ シ
大 野 雅 二

ミナトワタビヤコタン
東京都品川区東五反田5-1-1
タケ ノミ オ
竹 内 富 雄

補 正 書

48.10.17

昭和 年 月 日

特許庁長官 斎藤英雄 殿

1. 事件の表示

昭和48年特許願才 92456号

2. 発明の名称

生理活性物質の製造法

3. 特許出願人住所・名称

チウオク ニホンヤシマヤシ
東京都中央区日本橋室町2丁目2番地
トウ
(315) 東レ株式会社
代表者 藤吉次英

4. 代理人住所・氏名

東京都中央区日本橋室町2丁目2番地
東レ株式会社内
電話 (270) 0111
(6503) 篠田 巖

5. 補正命令の日付

自 発

6. 補正の対象

発明の詳細な説明の欄

7. 補正の内容

別紙のとおり

明細書才11頁と才12頁の間に下記表を挿入する。

構 造 式	反 応 溶 媒	触 媒	再 結 晶 溶 媒 収 率	mp °C	分 析 値	上が実測値、下が計算値 C (%) H (%) N (%)
17	トリクレン	ビペリジン	DMF-C ₆ H ₆ 66%	166-167°C	C ₁₉ H ₁₄ O ₂	70.68 4.45 70.80 4.38
18	T H F	5% p d - c	THF-EtOH 87%	112-114°C	C ₁₉ H ₁₈ O ₂	70.29 5.04 70.36 4.98
19	トリクレン	ビペリジン	DMF-EtOH 62%	199-201°C	C ₁₉ H ₁₄ O ₂	70.76 4.34 70.80 4.38
20	T H F	5% p d - c	THF-EtOH 85%	132-133°C	C ₁₉ H ₁₈ O ₂	70.26 5.06 70.36 4.98
21	トリクレン	ビペリジン	DMF-EtOH 78%	275-276°C	C ₁₉ H ₁₁ O ₄ N	71.84 6.65 4.37 71.92 3.49 4.41
22	T H F	5% p d - c	ジオキサン-EtOH 84%	181-183°C	C ₁₉ H ₁₃ O ₄ N	71.42 4.35 4.33 71.47 4.10 4.39
23	トリクレン	ビペリジン	DMF-EtOH 68%	172-175°C	C ₂₀ H ₁₈ O ₂	71.29 4.80 71.42 4.80
24	T H F	5% p d - c	THF-EtOH 84%	141-142°C	C ₂₀ H ₁₈ O ₂	71.12 5.33 70.99 5.36
25	トリクレン	ビペリジン	DMF-EtOH 64%	229-232°C dec	C ₂₀ H ₁₇ O ₄ N	71.64 5.29 4.13 71.63 5.11 4.18
26	T H F	5% p d - c	EtOH 61%	154-155°C	C ₂₀ H ₁₉ O ₄ N	71.31 5.52 4.37 71.20 5.68 4.15

構 造 式	反 応 溶 媒	触 媒	再 結 晶 溶 媒 収 率	mp °C	分 析 値	上が実測値、下が計算値 C (%) H (%)
27	トリクレン	ビベリジン	DMF-EtoH 62%	144-146°C	C ₂₁ H ₁₈ O ₄	75.14 5.31 75.43 5.43
28	T H F	5% pd-c	EtoH 89%	116-118°C	C ₂₁ H ₂₀ O ₄	74.52 5.99 74.98 5.99
29	トリクレン	ビベリジン	DMF-EtoH 60%	222-224°C	C ₂₀ H ₁₈ O ₆	68.15 4.75 68.18 4.58
30	T H F	5% pd-c	ジオキサン-EtoH 87%	169-172°C	C ₂₀ H ₁₈ O ₆	67.67 5.27 67.79 5.12
31	トリクレン	ビベリジン	DMF-EtoH 71%	227-229°C	C ₂₀ H ₁₈ O ₆	68.13 4.72 68.18 4.58
32	T H F	5% pd-c	ジオキサン-EtoH 89%	170-173°C	C ₂₀ H ₁₈ O ₆	67.66 5.24 67.79 5.12
33	トリクレン	ビベリジン	DMF-EtoH 73%	235-238°C	C ₁₉ H ₁₄ O ₆	67.45 4.23 67.45 4.17
34	T H F	5% pd-c	ジオキサン-EtoH 84%	184-186°C	C ₁₉ H ₁₆ O ₆	66.80 4.68 67.05 4.75
35	トリクレン	ビベリジン	DMF-EtoH 70%	225-228°C	C ₁₉ H ₁₄ O ₆	67.12 4.25 67.45 4.17
36	T H F	5% pd-c	ジオキサン-EtoH 86%	148-150°C	C ₁₉ H ₁₆ O ₆	66.95 4.83 67.05 4.75

構 造 式	反 応 溶 媒	触 媒	再 結 晶 溶 媒 収 率	mp °C	分 析 値	上が実測値、下が計算値 C (%) H (%)
37	トリクレン	ビベリジン	DMF-EtoH 47%	278-282°C dec	C ₁₉ H ₁₂ O ₆	66.43 3.87 66.67 3.73
38	T H F	5% pd-c	ジオキサン-EtoH 69%	210-213°C	C ₁₉ H ₁₄ O ₆	66.26 4.54 66.25 4.32
39	トリクレン	ビベリジン	DMF-EtoH 76%	190-193°C	C ₂₀ H ₁₈ O ₆	68.04 4.74 68.18 4.58
40	T H F	5% pd-c	ジオキサン-EtoH 52%	164-165°C	C ₂₀ H ₁₈ O ₆	67.57 5.03 67.79 5.12
41	トリクレン	ビベリジン	DMF-EtoH 52%	265-268°C	C ₁₉ H ₁₂ O ₆	67.58 3.72 67.85 3.60
42	T H F	5% pd-c	ジオキサン-EtoH 86%	144-146°C	C ₁₉ H ₁₄ O ₆	67.33 4.23 67.45 4.17
43	トリクレン	ビベリジン	DMF-EtoH 67%	239-240°C	C ₁₉ H ₁₀ O ₆ Cl ₂	52.80 2.94 12.70 52.85 2.79 12.63
44	T H F	5% pd-c	ジオキサン-EtoH 86%	153-155°C	C ₁₉ H ₁₂ O ₆ Cl ₂	52.59 3.49 12.28 52.52 3.33 12.53
45	トリクレン	ビベリジン	DMF-EtoH 73%	224-228°C	C ₁₉ H ₁₀ O ₆ Cl ₂	52.72 3.01 12.68 52.85 2.79 12.63
46	T H F	5% pd-c	ジオキサン-EtoH 89%	125-127°C	C ₁₉ H ₁₂ O ₆ Cl ₂	52.73 3.43 12.40 52.52 3.33 12.53

標 造 式	反 応 溶 媒	触 媒	再 結 晶 溶 媒 収 率	mp °C	分 析 値 上が実測値、下が計算値
47.	トリクレン	ピペリジン	DMF-EtOH 71%	211-214°C	C ₁₈ H ₁₀ O ₄ 52.73 2.82 12.68 C ₁₈ H ₁₀ O ₄ 52.85 2.79 12.63
48.	T H F	5% pd-c	ジオキサン-n-ヘキサン THF-EtOH 39%	153-155°C	C ₁₈ H ₁₂ O ₄ 52.61 3.49 12.05 C ₁₈ H ₁₂ O ₄ 52.52 3.33 12.53
49.	トリクレン	ピペリジン	DMF-EtOH 62%	225-226°C	C ₂₀ H ₁₄ O ₄ 75.30 4.64 C ₂₀ H ₁₄ O ₄ 75.46 4.43
50.	T H F	5% pd-c	ジオキサン-n-ヘキサン 87%	106-107°C	C ₂₀ H ₁₆ O ₄ 74.66 5.63 C ₂₀ H ₁₆ O ₄ 74.52 5.63
51.	トリクレン	ピペリジン	DMF-EtOH 80%	210-211°C	C ₁₆ H ₁₀ O ₅ 68.03 3.73 C ₁₆ H ₁₀ O ₅ 68.08 3.51
52.	T H F	5% pd-c	EtOH 25%	135-137°C	C ₁₆ H ₁₂ O ₅ 67.54 4.38 C ₁₆ H ₁₂ O ₅ 67.40 4.26